

BEST AVAILABLE COPY

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①⑪ N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 774 688

②① N° d'enregistrement national : 98 01525

⑤① Int Cl⁶ : C 08 F 228/02, C 08 F 2/24, 4/40, A 61 K 7/48, 7/06, 9/
107 // (C 08 F 228/02, 220:06)

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 10.02.98.

③⑩ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 13.08.99 Bulletin 99/32.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥① Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : SOCIETE D'EXPLOITATION DE PRO-
DUITS POUR LES INDUSTRIES CHIMIQUES SEPPIC
Société anonyme — FR.

⑦② Inventeur(s) : MALLO PAUL et TABACCHI GUY.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : L'AIR LIQUIDE SOCIETE ANONYME
POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCE-
DES GEORGES CLAUDE.

⑤④ NOUVEAU LATEX, PROCEDE DE PREPARATION ET APPLICATIONS EN COSMETIQUE.

⑤⑦ Composition comprenant une phase huile, une phase
aqueuse, au moins un agent émulsifiant de type eau dans
huile (E/ H), au moins un agent émulsifiant de type huile
dans eau (H/ E), caractérisée en ce que ladite composition
est un latex inverse comprenant de 20% à 60% en poids, et
de préférence de 30% à 45% en poids, d'un polyélectrolyte
anionique, branché ou réticulé, à base d'au moins un mono-
mère possédant une fonction acide fort, copolymérisé soit
avec au moins un monomère possédant une fonction acide
faible, soit avec au moins un monomère neutre.
Applications en cosmétique.

FR 2 774 688 - A1



La présente demande concerne des Latex eau dans huile épaississants, leur procédé de préparation et leur application en tant qu'épaississant et/ou émulsionnant pour des produits de soins de la peau et des cheveux ou pour la fabrication de préparations cosmétiques, dermo-pharmaceutiques ou pharmaceutiques.

Différents épaississants existent et sont déjà utilisés pour ces usages. On connaît en particulier les produits naturels tels que les gommes de guar ou l'amidon mais dont les inconvénients sont ceux inhérents aux produits naturels, tels que la fluctuation des cours, les difficultés d'approvisionnement et une qualité aléatoire.

Les polymères synthétiques sous forme de poudre, principalement les polyacide-acrylamiques sont également largement utilisés mais présentent l'inconvénient de nécessiter une neutralisation lors de l'utilisation, car ils ne développent leur viscosité qu'à partir d'un $\text{pH} > 6.5$ et leur mise en solution est souvent fastidieuse.

Il existe aussi des polymères épaississants synthétiques, se présentant sous forme de latex inverse, c'est-à-dire dont la phase continue est une huile. La mise en solution de ces latex est extrêmement rapide ; les polymères contenus dans ces latex inverses, sont le plus souvent des copolymères acrylamide / acrylate de métal alcalin ou acrylamide/acrylamido 2-méthyl 2-propane sulfonate de sodium ; ils sont déjà neutralisés et lorsqu'ils sont mis en solution dans l'eau, par exemple à une concentration de 1%, on observe que le pH est généralement supérieur à 6.

Les copolymères acrylamide/acrylate de sodium ne développent cependant pas de propriétés épaississantes importantes lorsqu'on abaisse le pH en dessous de 6 ; par contre les copolymères acrylamide/acrylamido 2-méthyl 2-propanesulfonate de sodium décrits dans EP 0 503 853, gardent une capacité épaississante importante même à pH 4.

Cependant, de tels copolymères présentent des teneurs en monoacrylamide qui, bien qu'extrêmement faibles, pourraient conduire à rendre leur

utilisation en cosmétique impossible dans un futur proche, suite à l'évolution de la législation européenne sur les substances dangereuses.

La demanderesse s'est donc intéressée à la synthèse et à la mise au point de polymères épaississants, même en pH acide, sous forme de latex inverse sans utiliser de mono-acrylamide.

L'invention a pour un objet une composition comprenant une phase huile, une phase aqueuse, au moins un agent émulsifiant de type eau dans huile (E/H), au moins un agent émulsifiant de type huile dans eau (H/E), caractérisée en ce que ladite composition est un latex inverse comprenant de 20% à 60% en poids, et de préférence de 30% à 45% en poids, d'un polyélectrolyte anionique, branché ou réticulé, à base d'au moins un monomère possédant une fonction acide fort, copolymérisé soit avec au moins un monomère possédant une fonction acide faible, soit avec au moins un monomère neutre.

Par « agent émulsifiant du type eau dans huile », on désigne des agents émulsifiants possédant une valeur HLB suffisamment faible pour fournir des émulsions eau dans huile tels que les polymères tensioactifs commercialisés sous le nom de HYPERMER® ou tels que les extraits de sorbitan, comme le monooléate de sorbitan commercialisé par la Société SEPPIC sous le nom de marque Montane 80®, ou l'isostéarate de sorbitan commercialisé par SEPPIC sous le nom de Montane 70®.

Par « agent émulsifiant du type huile dans eau », on désigne des agents émulsifiants possédant une valeur HLB suffisamment élevée pour fournir des émulsions huile dans l'eau tels que les esters de sorbitan éthoxylés comme l'oléate de sorbitan éthoxylé avec 20 moles d'oxyde d'éthylène.

Par polymère branché, on désigne un polymère non linéaire qui possède des chaînes pendantes de manière à obtenir, lorsque ce polymère est mis en solution dans l'eau, fort état d'enchevêtrement conduisant à des viscosités à bas gradient très importantes.

Par polymère réticulé, on désigne un polymère non linéaire se présentant à l'état de réseau tridimensionnel insoluble dans l'eau, mais gonflable à l'eau et conduisant donc à l'obtention d'un gel chimique.

La composition selon l'invention peut comporter des motifs réticulés et/ou des motifs branchés.

L'invention a notamment pour objet une composition telle que définie précédemment, caractérisée en ce que ledit polyélectrolyte anionique est le résultat d'une copolymérisation de ses monomères précurseurs effectuée à un pH inférieur à 4 et de préférence inférieur ou égal à 3,5.

L'invention a aussi pour objet une composition telle que définie précédemment, caractérisée en ce que 30% à 80%, de préférence 40% à 75% en proportions molaires, des motifs monomériques que le polyélectrolyte anionique comprend, possèdent une fonction acide fort ; et plus particulièrement une composition telle que définie ci-dessus pour laquelle le polyélectrolyte anionique comporte en proportions molaires de 60 % à 70 % d'un monomère comportant une fonction acide fort et de 30 % à 40 % d'un monomère comportant une fonction acide faible.

La fonction acide fort du monomère en comportant est notamment la fonction acide sulfonique ou la fonction acide phosphonique, et de préférence ledit monomère est choisi parmi l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényl) amino] 1-propane-sulfonique ou l'acide styrènesulfonique. La fonction acide faible du monomère en comportant est notamment, est la fonction acide carboxylique, et de préférence, ledit monomère est choisi parmi l'acide acrylique, l'acide méthacrylique, l'acide itaconique ou l'acide maléique. Le monomère neutre est notamment choisi parmi l'acrylate de (2-hydroxy éthyle), l'acrylate de (2,3-dihydroxy éthyle), le méthacrylate de (2-hydroxy éthyle), le méthacrylate de (2,3-dihydroxy éthyle), ou un dérivé éthoxylé, avec un indice OE compris entre 1 et 20, de chacun de ces esters.

L'invention a plus particulièrement pour objet une composition telle que définie précédemment, caractérisée en ce que le polyélectrolyte anionique est réticulé et/ou branché avec un composé diéthylénique ou polyéthylénique dans la proportion molaire exprimée par rapport aux monomères mis en oeuvre, de 0,005% à 1%, et de

préférence de 0,01% à 0,1% et, de préférence celle pour laquelle l'agent de réticulation et/ou l'agent de ramification est choisi parmi le méthacrylate d'éthylèneglycol, le diallyloxyacétate de sodium, le diacrylate d'éthylèneglycol, le diallyl urée, le triméthylol propane-triacrylate ou le méthylène-bis-acrylamide.

Le latex selon l'invention contient généralement de 2,5% à 15% en poids, et de préférence de 4% à 9% en poids, d'agents émulsifiants, parmi lesquels de 20% à 50%, notamment de 25% à 40% du poids total des agents émulsifiants présents sont du type eau dans huile (E/H) et dans laquelle de 80% à 50%, notamment de 75% à 60%, du poids total des agents émulsifiants, sont du type huile dans eau (H/E).

Selon un aspect particulier, la composition telle que définie précédemment, est caractérisée en ce que la phase huile représente de 15% à 40%, de préférence de 20% à 25%, de son poids total.

Cette phase huile est constituée soit par une huile minérale commerciale contenant des hydrocarbures saturés de type paraffinique, isoparaffinique, cycloparaffinique, présentant à température ambiante, une densité entre 0.7 et 0.9 et un point d'ébullition supérieur à 180°C, telle que par exemple l'Exxsol D 100 S commercialisé par EXXON ou l'isohexadécane commercialisé par BAYER, soit par une huile végétale, soit une huile de synthèse, soit par un mélange de plusieurs de ces huiles.

Les latex contiennent entre 20 % et 50 % d'eau. Les latex selon l'invention peuvent également contenir divers additifs tels que des agents complexants, des agents de transfert, ou des agents limiteurs de chaîne.

Selon un autre aspect de la présente invention, celle-ci a pour objet un procédé de préparation de la composition telle que définie précédemment, caractérisé en ce que :

a) l'on émulsionne une solution aqueuse contenant les monomères et les éventuels additifs, dans une phase huile en présence d'un ou plusieurs agents émulsifiants de type eau dans huile,

b) l'on amorce la réaction de polymérisation par introduction dans l'émulsion formée en a), d'un initiateur de radicaux libres puis on la laisse se dérouler,

c) lorsque la réaction de polymérisation est terminée, l'on introduit un ou plusieurs agents émulsifiants de type huile dans eau à une température inférieure à 50°C.

Selon une variante de ce procédé, le milieu réactionnel issu de l'étape b), est concentré par distillation, avant la mise en oeuvre de l'étape c).

Selon une mise en oeuvre préférée du procédé tel que défini précédemment, la réaction de polymérisation est amorcée par un couple oxydo-réducteur générateur d'ions hydrogénosulfite (HSO_3^-), tel que le couple hydroperoxyde de cumène -disulfite de sodium, ou le couple hydroperoxyde de cumène-chlorure thionyle (SOCl_2) à une température inférieure ou égale à 10°C, puis conduite soit de manière quasi-adiabatique jusqu'à une température supérieure ou égale à 50°C, soit en contrôlant la température.

Selon une autre mise en oeuvre préférée du procédé, la solution aqueuse de départ est ajustée à un pH inférieur ou égal à 3,5 avant la mise en oeuvre de l'étape c).

L'invention a aussi pour objet l'utilisation de la composition telle que définie précédemment pour préparer une composition topique cosmétique, dermo-pharmaceutique ou pharmaceutique.

Une composition topique selon l'invention, destinée à être appliquée sur la peau ou les muqueuses de l'homme ou de l'animal, peut consister en une émulsion topique comprenant au moins une phase aqueuse et au moins une phase huile. Cette émulsion topique peut être du type huile dans eau. Plus particulièrement, cette émulsion topique peut consister en une émulsion fluide, telle un lait ou un gel fluide. La phase huile de l'émulsion topique peut consister en un mélange d'une ou plusieurs huiles.

Une composition topique selon l'invention peut être destinée à une utilisation cosmétique ou être utilisée pour préparer un médicament destiné au traitement des maladies de la peau et des muqueuses. Dans ce dernier cas, la composition topique comporte alors un principe actif qui peut par exemple consister en un agent anti-inflammatoire, un myorelaxant, un antifongique ou un antibactérien.

Lorsque la composition topique est utilisée en tant que composition cosmétique destinée à être appliquée sur la peau ou les muqueuses, elle peut ou non

comporter un principe actif, par exemple un agent hydratant, un agent bronzant, un filtre solaire, un antirides, un agent à visée amincissante, un agent antiradicalaire, un agent antiacnéique ou un antifongique.

Une composition topique selon l'invention comporte habituellement entre 0,1 % et 10 % en poids de l'agent épaississant défini ci-dessus. Le pH de la composition topique est de préférence supérieur ou égal à 5, plus préférentiellement, il est compris entre 6 et 12.

La composition topique peut en outre comporter des composés classiquement compris dans ce type de compositions, par exemple des parfums, des conservateurs, des colorants, des émoullients ou des tensioactifs.

Selon encore un autre aspect, l'invention concerne l'utilisation du nouvel agent épaississant conforme à l'invention mentionné ci-dessus, pour épaissir et émulsionner une composition topique comprenant au moins une phase aqueuse.

La composition selon l'invention est un substitut intéressant à celles vendues sous le nom SEPIGEL[®] 305 ou SEPIGEL[®] 501 par la demanderesse, car elle présente aussi une bonne compatibilité avec les autres excipients utilisés pour la préparation de formulations telles que les laits, les lotions, les crèmes, les savons, les bains, les baumes, les shampooings ou les après-shampooings

Elle est notamment compatible avec les concentrés décrits et revendiqués dans les publications internationales WO 92/06778, WO 95/04592, W095/13863 ou FR 2734 496, avec les agents tensioactifs décrits dans WO 93/08204.

Elle est particulièrement compatible avec le MONTANOV[®] 68, le MONTANOV[®] 82 ou le SEPIPERL[®] N. Elle peut également être utilisée dans des émulsions du type de celles décrites et revendiquées dans EP 0 629 396 et dans les dispersions aqueuses cosmétiquement ou physiologiquement acceptable avec un composé organo polysiloxane choisi, par exemple parmi ceux décrits dans WO 93/05762 ou dans WO 93/21316

Elle peut également être utilisée pour former des gels aqueux à pH acide cosmétiquement ou physiologiquement acceptables, tels que ceux décrits dans

WO 93/07856; elle peut également être utilisée en association avec des celluloses non-ioniques, pour former par exemple des gels de coiffage tels que ceux décrits dans EP0 684 024, ou encore en association avec des esters d'acides gras et de sucre, pour former des compositions pour le traitement du cheveux ou de la peau telles que celles décrites dans EP 0 603 019. ou encore dans les shampooings ou après-shampooings tels que décrits et revendiqués dans WO 92/21316 ou enfin en association avec un homopolymère anionique tels que le CARBOPOL® pour former des produits de traitement des cheveux comme ceux décrits dans DE 195 23596.

La composition selon l'invention est également compatible avec les principe actifs tels que par exemple, les agents auto-bronzants comme le dihydroxy-acétone (DHA) ou les agents anti-acné; elle peut donc être introduite dans des compositions auto-bronzantes comme celles revendiquées dans EP 0 715 845, EP 0 604249, EP 0576188 ou dans WO 93/07902

Elle est également compatible avec les dérivés N-acylés d'acides aminés, ce qui permet son utilisation dans des compositions apaisantes notamment pour peau sensible, telles que celles décrites ou revendiquées dans WO 92/21318, WO 94/27561, ou FR 92 10954 déposée le 09 septembre 1996.

Les exemples qui suivent ont pour but d'illustrer la présente invention sans toutefois la limiter.

Exemple 1:

- a) On charge dans un bécher, sous agitation
- 200 g d'eau permutée
 - 112,1 g d'une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium à 48 % (en poids)
 - 278,4 g de l'acide 2-méthyl-2[(1-oxo-2 propenyl) amino] 1-propane sulfonique
 - 73,1 g d'acide acrylique
 - 0,18 g de diéthylène triamine pentacétate de sodium
 - 0,182 g de méthylène-bis-acrylamide

le pH de la phase aqueuse précédemment décrit est ajusté à 3,5 et la quantité de phase aqueuse est complétée jusqu'à concurrence de 682 g par ajout d'eau permutée.

Parallèlement, on prépare une phase organique en introduisant dans un bécher agité successivement :

- 220 g d'isohexadécane
- 25 g de Montane 80 VG (oléate de sorbitan commercialisé par SEPPIC)
- 0,2 g azo-bis-isobutyronitrile

La phase aqueuse est introduite progressivement dans la phase organique puis soumise à une agitation mécanique violente de type ultra-turrax® commercialisé par IKA.

L'émulsion obtenue est alors transférée dans un réacteur de polymérisation. L'émulsion est soumise à un barbotage d'azote important de manière à éliminer l'oxygène et refroidit à environ 5-6°C.

On introduit alors 5ml d'une solution contenant 0,42 % (en poids) d'hydroperoxyde de cumène dans l'isohexadécane.

Après un temps suffisant pour une bonne homogénéisation de la solution, on introduit alors une solution aqueuse de métabisulfite de sodium (0,2 g dans 100 ml d'eau) à raison de 0,5 ml/minute. L'introduction est réalisée pendant environ 60 minutes.

Pendant cette introduction, on laisse monter la température dans le réacteur de polymérisation jusqu'à la température finale de polymérisation.

On maintient alors le milieu réactionnel pendant environ 90 minutes à cette température.

L'ensemble est refroidi jusqu'à une température d'environ 35°C et on introduit lentement 50 g d'oléate de sorbitan éthoxylé à 20 moles d'oxyde d'éthylène.

On obtient l'émulsion désirée:

Evaluation des propriétés

+ viscosité 25°C du latex (Brookfield RVT, Mobile 3, vitesse 20): $\eta = 650$ mPas

+ viscosité dans l'eau à 2 % de latex (Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 20):

$\eta = 33800$ mPas.

(Brookfield Mobile 6, vitesse 5): $n = 74000$ mPas.

On constate que le produit final est exempt d'acrylamide.

B) En opérant de la même manière qu'au paragraphe a) à partir de :

- 200 g d'eau permutée
- 121,8g d'une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium à 48% (en poids)
- 302,66g de l'acide 2-méthyl-2[(1-oxo-2 propenyl) amino] 1-propane

sulfonique

- 49,54g d'acide acrylique
- 0,18g de diéthylène triamine pentacétate de sodium et
- 0,163g de méthylène-bis-acrylamide.

On obtient l'émulsion désirée qui présente les caractéristiques suivantes :

+ viscosité dans l'eau à 2% de latex

(Brookfield RVT Mobile 6, vitesse 20):

$n = 29000$ mPas

(Brookfield Mobile 6, vitesse 5): $n = 66000$ mPas.

On constate que le produit final est aussi exempt d'acrylamide.

Les exemples suivants mettent en oeuvre indifféremment soit l'émulsion préparée selon le paragraphe a), soit l'émulsion préparée selon le paragraphe b) :

Exemple 2: Crème de soin

Cyclométhicone:	10%
Composé de l'exemple 1:	0,8%
MONTANOV®68:	2%
alcool stéarylique:	1%
alcool stéarique:	0,5%
conservateur:	0,65%
Lysine:	0,025%
EDTA (sel disodique):	0,05%
Gomme de xanthane:	0,2%

Glycérine:	3%
eau:	q.s.p. 100%

(Le MONTANOV[®] 68 (cétéaryl glucoside), est une composition auto-émulsionnable telle que décrite dans WO 92/06778, commercialisée par la société SEPPIC)

Exemple 3: Crème de soin

Cyclométhicone:	10%
Composé de l'exemple 1:	0,8%
MONTANOV [®] 68:	2%
Perfluoropolymethylisopropylether:	0,5%
alcool stéarylique:	1%
alcool stéarique:	0,5%
conservateur:	0,65%
Lysine:	0,025%
EDTA (sel disodique):	0,05%
PUMULEN [®] TR:	0,2%
Glycérine:	3%
eau:	q.s.p. 100%

(PUMULEN[®]TR est un polymère acrylique commercialisé par GOODRICH).

Exemple 4: Baume après-rasage

FORMULE

A	Composé de l'exemple 1:	1,5%
	eau:	q.s.p 100%
B	MICROPEARL [®] M 100:	5,0%
	SEPICIDE [®] CI:	0,50%
	Parfum:	0,20%
	éthanol 95°:	10,0%

(Le MICROPEARL[®] M 100 est une poudre ultra-fine au toucher très doux et à action matifiante commercialisée par la société MATSUMO)

(Le SEPICIDE[®] CI, imidazolin urée, est un agent conservateur commercialisé par la société SEPPIC)

MODE OPERATOIRE

Ajouter B dans A.

Exemple 5: Emulsion satinée pour le corps

FORMULE

A	SIMULSOL [®] 165:	5,0%
	LANOL [®] 1688:	8,50%
	beurre de Karité:	2%
	huile de parafine:	6,5%
	LANOL [®] 14M:	3%
	LANOL [®] S:	0,6%
B	eau:	66,2%
C	MICROPEARL [®] M 100:	5%
D	Composé de l'exemple 1:	3%
E	SEPICIDE [®] CI:	0,3%
	SEPICIDE [®] HB:	0,5%
	MONTEINE [®] CA:	1%
	parfum:	0,20%
	acétate de vitamine E:	0,20%
	Sodium pyrrolidinone carboxylate:	1% (agent hydratant)

(Le SIMULSOL[®] 165 est du stéarate de glycérol auto-émulsionnable commercialisée par la société SEPPIC)

(Le LANOL[®] 1688 est un ester émollient à effet non gras commercialisé par la société SEPPIC)

(Le LANOL[®] 14M et le LANOL[®] S sont des facteurs de consistance commercialisés par la société SEPPIC)

(Le SEPICIDE[®] HB, (mélange de phénoxyéthanol/méthyl paraben/éthylparaben/propylparaben/butylparaben), est un agent conservateur commercialisé par la société SEPPIC)

(Le MONTEINE[®] CA est un agent hydratant commercialisé par la société SEPPIC)

MODE OPERATOIRE

Ajouter C dans B, émulsionner B dans A à 70°C, puis ajouter D à 60°C puis E à 30°C.

Exemple 6: Lait corporel

FORMULE

A	SIMULSOL [®] 165:	5,0%
	LANOL [®] 1688:	12,0%
	LANOL [®] 14M:	2,0%
	alcool cétylique:	0,3%
	SCHERCEMOL [®] OP:	3%
B	eau:	q.s.p. 100%
C	Composé de l'exemple 1:	0,35%
D	SEPICIDE [®] CI:	0,2%
	SEPICIDE [®] HB:	0,5%
	parfum:	0,20%

(Le SCHERCEMOL[®] OP est un ester émoullient à effet non gras)

MODE OPERATOIRE

Emulsionner B dans A vers 75°C ; ajouter C vers 60°C, puis D vers 30°C

Exemple 7: crème H/E

FORMULE

A	SIMULSOL [®] 165:	5,0%
	LANOL [®] 1688:	20,0%
	LANOL [®] P:	1,0% (additif à effet stabilisant)
B	eau:	q.s.p. 100%
C	Composé de l'exemple 1:	2,50%
D	SEPICIDE [®] CI:	0,20%
	SEPICIDE [®] HB:	0,30%

(Le LANOL[®] P est un additif à effet stabilisant commercialisé par la société SEPPIC)

MODE OPERATOIRE

Introduire B dans A vers 75°C ; ajouter C vers 60°C, puis D vers 45°C

Exemple 8: gel solaire non gras

FORMULE

A	Composé de l'exemple 1:	3,00%
	eau:	30%
B	SEPICIDE [®] CI:	0,20%
	SEPICIDE [®] HB:	0,30%

	parfum:	0,10%
C	colorant:	q.s.
	eau:	30%
D	MICROPEARL® M 100:	3,00%
	eau:	q.s.p 100%
E	huile de silicone:	2,0%
	PARSOL® MCX:	5,00%

(Le PARSOL® MCX est de l'octyl paraméthoxycinnamate; il est commercialisé par la société GIVAUDAN)

MODE OPERATOIRE

Introduire B dans A; ajouter C, puis D, puis E.

Exemple 9: Lait solaire

FORMULE

A	SEPIPERL®N:	3,0%
	huile de sésame:	5,0%
	PARSOL® MCX:	5,0%
	Carraghénane λ:	0,10%
B	eau:	q.s.p. 100%
C	composé de l'exemple 1:	0,80%

A Composé de l'exemple 1: 3,00%

	eau:	30%
B	SEPICIDE® CI:	0,20%
	SEPICIDE® HB:	0,30%
	parfum:	0,05%
C	colorant:	q.s.
	eau:	q.s.p 100%
D	MICROPEARL® SQL:	5,00%
	LANOL® 1688:	2%

(Le MICROPEARL® SQL est un mélange de microparticules renfermant du squalane qui se libère sous l'action du massage; il est commercialisé par la société MATSUMO)

MODE OPERATOIRE

Préparer A; additionner B, puis C, puis D.

Exemple 12: Gel coup d'éclat

FORMULE

A	Composé de l'exemple 1:	4%
	eau:	30%
B	ELASTINE HPM:	5,0%
C	MICROPEARL® M 100:	3%
	eau:	5%
D	SEPICIDE® CI:	0,2%

SEPICIDE® HB:	0,3%
Parfum:	0,06%
Sodium pyrrolidinone carboxylate 50%:	1%
eau:	q.s.p. 100%

MODE OPERATOIRE

Préparer A; additionner B, puis C, puis D.

Exemple 13: Lait corporel**FORMULE**

A	SEPIPERL®N:	3,0%
	Triheptonate de glycerol	10,0%
B	eau	q.s.p.100%
C	composé de l'exemple 1:	1,0%
D	parfum:	q.s.
	conservateur:	q.s.

MODE OPERATOIRE

Fondre A à environ 75°C . Emulsionner B dans A à 75°C puis ajouter C vers 60°C, puis D .

Exemple 14: Emulsion démaquillante à l'huile d'amande douce**FORMULE**

MONTANOV® 68:	5%
huile d'amandes douces:	5%
eau:	q.s.p.100%

composé de l'exemple 1:	0,3%
glycérine:	5%
conservateur:	0,2%
parfum:	03%

Exemple 15: Crème hydratante pour peaux grasses**FORMULE**

MONTANOV® 68:	5%
cétylstéaryloctanoate:	8%
octyl palmitate:	2%
eau:	q.s.p. 100%
composé de l'exemple 1:	0,6%
MICROPEARL® M100:	3,0%
Mucopolysaccharides:	5%
SEPICIDE® HB:	0,8
parfum:	03%

Exemple 16: Baume après-rasage apaisant sans alcool**FORMULE**

mélange de lauryl aminoacides:	0,1% à 5%
aspartate de magnésium et de potassium:	0,002% à 0,5%
LANOL® 99:	2%
huile d'amandes douces:	0,5%
eau:	q.s.p. 100%
composé de l'exemple 1:	3%
SEPICIDE® HB:	0,3%
SEPICIDE® CI:	0,2%
parfum:	0,4%

(Le LANOL® 99 est de l'isononyl isononanoate commercialisé par la société SEPPIC).

Exemple 17: Crème aux AHA pour peaux sensibles**FORMULE**

mélange de lauryl aminoacides:	0,1% à 5%
aspartate de magnésium et de potassium:	0,002% à 0,5%
LANOL® 99:	2%
MONTANOV® 68:	5,0%
eau:	q.s.p. 100%
composé de l'exemple 1:	1,50%
acide gluconique:	1,50%
triéthylamine:	0,9%
SEPICIDE® HB:	0,3%
SEPICIDE® CI:	0,2%
parfum:	0,4%

Exemple 18: Soin apaisant après-soleil**FORMULE**

mélange de lauryl aminoacides:	0,1% à 5%
aspartate de magnésium et de potassium:	0,002% à 0,5%
LANOL® 99:	10,0%
eau:	q.s.p. 100%
composé de l'exemple 1:	2,50%
SEPICIDE® HB:	0,3%
SEPICIDE® CI:	0,2%
parfum:	0,4%
colorant:	0,03%

Exemple 19: Lait démaquillant**FORMULE**

SEPIPERL [®] N	3%
PRIMOL 352:	8,0%
huile d'amandes douces:	2%
eau:	q.s.p.100%
composé de l'exemple 1:	0,8%
conservateur:	0,2%

Exemple 20: Lait corporel**FORMULE**

SEPIPERL [®] N:	3,5%
LANOL [®] 37T:	8,0%
SOLAGUM [®] L:	0,05%
eau:	q.s.p.100%
benzophénone:	2,0%
diméthicone 350cPs:	0,05%
composé de l'exemple 1:	0,8%
conservateur:	0,2%
parfum:	0,4%

(Le LANOL[®] 37T est du triheptanoate de glycérol, commercialisé par la société SEPPIC).

(Le SOLAGUM[®]L, est un carraghénane commercialisé par la société SEPPIC).

Exemple 21: émulsion fluide à pH alcalin

MARCOL [®] 82:	5,0%
-------------------------	------

NaOH:	10,0%
eau:	q.s.p. 100%
composé de l'exemple 1:	1,5%

(Le MARCOL[®] 82 est une huile paraffine commercialisée par la société ESSO)

Exemple 22: Fond de teint fluide

FORMULE

SIMULSOL [®] 165	5,0%
LANOL [®] 84D:	8,0%
LANOL [®] 99:	5,0%
eau:	q.s.p. 100%
pigments et charges minérales:	10,0%
composé de l'exemple 1:	1,2%
conservateur:	0,2%
parfum:	0,4%

(Le LANOL[®] 84D est du dioctylmalate commercialisé par la société SEPPIC).

Exemple 23: Lait solaire

FORMULE

SEPIPERL [®] N	3,5%
LANOL [®] 37T:	10,0%
PARSOL NOX [®] :	5,0%
EUSOLEX [®] 4360:	2,0%
eau:	q.s.p. 100%
composé de l'exemple 1:	1,8%
conservateur:	0,2%
parfum:	0,4%

(Le PARSOL NOX[®] et l' EUSOLEX[®] 4360 sont deux filtres solaires commercialisés

respectivement par les sociétés GIVAUDAN et MERCK).

Exemple 24: Gel contour des yeux

FORMULE

composé de l'exemple 1:	2,0%
Parfum:	0,06%
Sodium pyrrolidinonecarboxylate:	0,2%
DOW CORNING® 245 FLuid	2,0%
eau:	q.s.p. 100%

(Le DOW CORNING® 245 FLuid est de la cyclométhicone, commercialisée par la société DOW CORNING):

Exemple 25: composition de soin non rincée

FORMULE

composé de l'exemple 1:	1,5%
Parfum:	q.s
conservateur:	q.s.
DOW CORNING® X2 8360:	5,0%
DOW CORNING® Q2 1401:	15,0%
eau:	q.s.p. 100%

(Le DOW CORNING® 245 FLuid est de la cyclométhicone, commercialisée par la société DOW CORNING):

Exemple 26: gel amincissant

Composé de l'exemple 1	5 %
Ethanol	30 %
Menthol	0,1 %
Caféine	2,5 %

2774688

23

extrait de ruscus	2 %
extrait de lierre	2 %
SEPICIDE®HP	1 %
eau	q.s.p. 100 %

REVENDICATIONS

1. Composition comprenant une phase huile, une phase aqueuse, au moins un agent émulsifiant de type eau dans huile (E/H), au moins un agent émulsifiant de type huile dans eau (H/E), caractérisée en ce que ladite composition est un latex inverse comprenant de 20% à 60% en poids, et de préférence de 30% à 45% en poids, d'un polyélectrolyte anionique, branché ou réticulé, à base d'au moins un monomère possédant une fonction acide fort, copolymérisé soit avec au moins un monomère possédant une fonction acide faible, soit avec au moins un monomère neutre.

2. Composition telle que définie à la revendication 1, caractérisée en ce que ledit polyélectrolyte anionique est le résultat d'une copolymérisation de ses monomères précurseurs effectuée à un pH inférieur à 4 et de préférence inférieur ou égal à 3,5.

3. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 ou 2 caractérisée en ce que 30% à 80%, de préférence 40% à 75%, des motifs monomériques que le polyélectrolyte anionique comprend, possèdent une fonction acide fort.

4. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 3 pour laquelle la fonction acide fort du monomère en comportant, est la fonction acide sulfonique ou la fonction acide phosphonique, et de préférence ledit monomère est choisi parmi l'acide 2-méthyl 2-[(1-oxo 2-propényle) amino] 1-propane-sulfonique ou l'acide styrènesulfonique.

5. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 4 pour laquelle la fonction acide faible du monomère en comportant, est la fonction acide carboxylique, et de préférence, ledit monomère est choisi parmi l'acide acrylique, l'acide méthacrylique, l'acide itaconique ou l'acide maléique.

6. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 6 pour laquelle le polyélectrolyte anionique comporte en proportions molaires de 60% à 70% d'un monomère comportant une fonction acide fort et de 30% à 40% d'un monomère comportant une fonction acide faible.

7. Composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 6 pour laquelle le monomère neutre est choisi parmi l'acrylate de (2-hydroxy éthyle), l'acrylate de (2,3-dihydroxy éthyle), le méthacrylate de (2-hydroxy éthyle), le méthacrylate de (2,3-dihydroxy éthyle), ou un dérivés éthoxylés, avec un indice OE compris entre 1 et 20, de chacun de ces esters.

8. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le polyélectrolyte anionique est réticulé et/ou branché avec un composé diéthylénique ou polyéthylénique dans la proportion molaire exprimée par rapport aux monomères mis en oeuvre, de 0,005% à 1%, et de préférence de 0,01% à 0,1%

9. Composition telle que définie à la revendication 8 pour laquelle l'agent de réticulation et/ou l'agent de ramification est choisi parmi le méthacrylate d'éthylèneglycol, le diallyloxyacétate de sodium, le diacrylate d'éthylèneglycol, le diallyl urée, le triméthylol propane-triacrylate ou le méthylène-bis-acrylamide.

10. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée en ce qu'elle contient de 2,5% à 15% en poids, et de préférence de 4% à 9% en poids, d'agents émulsifiants.

11. Composition telle que définie à la revendication 10 dans laquelle de 20% à 50%, notamment de 25% à 40% du poids total des agent émulsifiants présents sont du type eau dans huile (E/H) et dans laquelle de 80% à 50%, notamment de 75% à 60%, du poids total des agents émulsifiants, sont du type huile dans eau (H/E).

12. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisée en ce que la phase huile représente de 15% à 40%, de préférence de 20% à 25%, de son poids total.

13. Composition telle que définie à l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisée en ce qu'elle contient en outre un ou plusieurs additifs choisis notamment parmi les agents complexants, les agents de transfert ou les agents limiteurs de chaînes.

14. Procédé de préparation de la composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que

a) l'on émulsionne une solution aqueuse contenant les monomères et les éventuels additifs, dans une phase huile en présence d'un ou plusieurs agents émulsifiants de type eau dans huile,

b) l'on amorce la réaction de polymérisation par introduction dans l'émulsion formée en a), d'un initiateur de radicaux libres puis on la laisse se dérouler,

c) lorsque la réaction de polymérisation est terminée, l'on introduit un ou plusieurs agents émulsifiants de type huile dans eau à une température inférieure à 50°C.

15. Variante du procédé tel que défini à la revendication 14, selon laquelle le milieu réactionnel issu de l'étape b), est concentré par distillation, avant la mise en oeuvre de l'étape c).

16. Procédé tel que défini à l'une des revendications 14 ou 15 dans lequel la réaction de polymérisation est amorcée par un couple oxydo-réducteur, tel que le couple hydroperoxyde de cumène -disulfite de sodium, à une température inférieure ou égale à 10°C, puis conduite de manière quasi-adiabatique jusqu'à une température supérieure ou égale à 50°C.

17. Procédé tel que défini à l'une des revendications 14 à 16, dans lequel la solution aqueuse de départ est ajustée à un pH inférieur ou égal à 3,5 avant la mise en oeuvre de l'étape

18. Utilisation de la composition telle que définie à l'une des revendications 1 à 13 pour préparer une composition topique cosmétique, dermo-pharmaceutique ou pharmaceutique.

19. Composition cosmétique, dermo-pharmaceutique ou pharmaceutique comprenant de 0,1 % à 10 % en poids d'un latex inverse tel que défini à l'une des revendications 1 à 13.

20. Composition telle que définie à la revendication 19, sous la forme d'un lait, d'une lotion, d'un gel, d'une crème, d'un savon, d'un bain moussant, d'un baume, d'un shampoing ou d'un après-shampoing.

21. Composition apaisante pour peau sensible comprenant un latex inverse tel que défini à l'une des revendications 1 à 13 et un ou plusieurs aminoacides N-acylés.

2774688

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 552935
FR 9801525

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	US 5 185 395 A (ROBINSON PETER M ET AL) 9 février 1993 * le document en entier *	1,2,4,5, 7,10, 12-14,17
A	WO 92 03498 A (EXXON CHEMICAL PATENTS INC) 5 mars 1992 * page 5, ligne 1 - page 9, ligne 6 * * les exemples * * revendications 1,2,7 *	1,4,5,7, 10, 12-14,16
D,A	EP 0 503 853 A (SCOTT BADER CO) 16 septembre 1992 * exemple 1 * * les revendications *	1,3,4, 8-14,16, 18-20
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
		C08F A61K
Date d'achèvement de la recherche		Examinateur
1 septembre 1998		Gamb, V
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

1

EPO FORM 1503 83.82 (P04C.13)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)